

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

corr. US 5,484,597

- For more records, click the Records link at page end.
- To change the format of selected records, select format and click Display Selected.
- To print/save clean copies of selected records from browser click Print/Save Selected.
- To have records sent as hardcopy or via email, click Send Results.

☒ Select All  
☒ Clear Selections

Print/Save Selected

Send Results

Display Selected

Format

Free



1. ☐ 2/5/1 DIALOG(R)File 352:Derwent WPI (c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

010180747

WPI Acc No: 1995-082000/199511

XRAM Acc No: C95-036796

A cosmetic microemulsion compsn. - comprises water, alkanol,  
oil selected from vitamin oil, and/or terpene(s), castor oil ethoxylated  
with ethyleneoxide and propoxylated alkyl ether

Patent Assignee: UNILEVER PLC (UNIL ); UNILEVER NV (UNIL ); CHESEBROUGH  
PONDS USA CO (CHEO )

Inventor: BARROW S R; SLAVTCHEFF C S

Number of Countries: 060 Number of Patents: 012

Patent Family:

| Patent No   | Kind | Date     | Applicat No | Kind | Date     | Week     |
|-------------|------|----------|-------------|------|----------|----------|
| WO 9503772  | A1   | 19950209 | WO 94EP2519 | A    | 19940729 | 199511 B |
| CA 2113231  | A    | 19950131 | CA 2113231  | A    | 19940111 | 199517   |
| AU 9476100  | A    | 19950228 | AU 9476100  | A    | 19940729 | 199522   |
| ZA 9405712  | A    | 19951129 | ZA 945712   | A    | 19940801 | 199601   |
| US 5484597  | A    | 19960116 | US 9399879  | A    | 19930730 | 199609   |
| EP 711139   | A1   | 19960515 | EP 94926130 | A    | 19940729 | 199624   |
|             |      |          | WO 94EP2519 | A    | 19940729 |          |
| JP 9500890  | W    | 19970128 | WO 94EP2519 | A    | 19940729 | 199714   |
|             |      |          | JP 95505571 | A    | 19940729 |          |
| EP 711139   | B1   | 19970507 | EP 94926130 | A    | 19940729 | 199723   |
|             |      |          | WO 94EP2519 | A    | 19940729 |          |
| DE 69403082 | E    | 19970612 | DE 603082   | A    | 19940729 | 199729   |
|             |      |          | EP 94926130 | A    | 19940729 |          |
|             |      |          | WO 94EP2519 | A    | 19940729 |          |
| ES 2102876  | T3   | 19970801 | EP 94926130 | A    | 19940729 | 199737   |
| TW 310275   | A    | 19970711 | TW 94109070 | A    | 19940930 | 199743   |
| PH 30981    | A    | 19971223 | PH 48724    | A    | 19940801 | 200255   |

Priority Applications (No Type Date): US 9399879 A 19930730

Cited Patents: 2.Jnl.Ref: EP 261351; EP 571677

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

WO 9503772 A1 E 22 A61K-007/00

Designated States (National): AM AT AU BB BG BR BY CA CH CN CZ DE DK ES  
FI GB GE HU JP KE KG KP KR KZ LK LT LU LV MD MG MN MW NL NO NZ PL PT RO  
RU SD SE SI SK TJ TT UA UZ VN

Designated States (Regional): AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT KE LU MC  
MW NL OA PT SD SE

CA 2113231 A A61K-007/48

AU 9476100 A A61K-007/00 Based on patent WO 9503772

ZA 9405712 A 19 A61K-000/00

US 5484597 A 5 A61K-007/46

EP 711139 A1 E A61K-007/00 Based on patent WO 9503772

Designated States (Regional): CH DE ES FR GB IT LI NL SE

JP 9500890 W 24 A61K-007/00 Based on patent WO 9503772

EP 711139 B1 E 9 A61K-007/00 Based on patent WO 9503772

Designated States (Regional): CH DE ES FR GB IT LI NL SE

DE 69403082 E A61K-007/00 Based on patent EP 711139

Based on patent WO 9503772

ES 2102876 T3 A61K-007/00

TW 310275 A A61K-007/02

PH 30981 A A61K-007/46

## Abstract (Basic): WO 9503772 A

A cosmetic microemulsion compsn. comprises: (i) 1-99% water; (ii) 1-99% of a 1-4C alkanol; (iii) 0.1-20% of an oil selected from vitamin oils and/or 10-60C terpenes; (iv) 0.1-20% of castor oil ethoxylated with 30-55 moles of ethylene oxide per mole of castor oil; and (v) 0.1-20% of a propoxylated alkyl ether comprising a 4-20C mono- or di-hydric alkanol propoxylated with 5-50 mole of propylene oxide per mole of alkanol.

USE - The compsns. include lotions, creams, sticks, roll-on formulations, mousses, aerosol sprays, pad-applied formulations and overnight peelable facial masks.

ADVANTAGE - The compsn. is quick drying and imparts a cooling sensation. The micelles of the compsn. are sufficiently small that they do not appreciably diffract light, thereby producing a clear prod. The compsns. are storage stable.

Dwg. 0/0

Title Terms: COSMETIC; MICROEMULSION; COMPOSITION; COMPRISE; WATER; ALKANOL  
; OIL; SELECT; VITAMIN; OIL; TERPENE; CASTOR; OIL; ETHOXYLATION; ETHYLENE  
; OXIDE; PROPOXYLATED; ALKYL; ETHER

Derwent Class: A96; D21

International Patent Class (Main): A61K-000/00; A61K-007/00; A61K-007/02;  
A61K-007/46; A61K-007/48

International Patent Class (Additional): A61K-007/50

File Segment: CPI

Derwent WPI (Dialog® File 352): (c) 2003 Thomson Derwent. All rights reserved.

☒ Select All

☒ Clear Selections

Print/Save Selected

Send Results

Display Selected

Format

Free

© 2003 The Dialog Corporation

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平9-500890

(43) 公表日 平成9年(1997)1月28日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

A 6 1 K 7/00

識別記号

庁内整理番号

9271-4C

9271-4C

F I

A 6 1 K 7/00

C

N

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願平7-505571  
 (86) (22) 出願日 平成6年(1994)7月29日  
 (85) 翻訳文提出日 平成8年(1996)1月29日  
 (86) 国際出願番号 PCT/EP94/02519  
 (87) 国際公開番号 WO95/03772  
 (87) 国際公開日 平成7年(1995)2月9日  
 (31) 優先権主張番号 08/099, 879  
 (32) 優先日 1993年7月30日  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 ユニリーバー・ナームローゼ・ベンノート  
 シヤープ  
 オランダ国、3013・アー・エル・ロツテル  
 ダム、ウエーナ・455  
 (72) 発明者 スラフチエフ、クレイグ・ステイーブン  
 アメリカ合衆国、コネティカット・06410、  
 チエシヤー、アトウオーター・ブレイス・  
 44  
 (72) 発明者 バロウ、ステイーブン・ロイ  
 アメリカ合衆国、コネティカット・06611、  
 トランブル、シブキン・ドライブ・4  
 (74) 代理人 弁理士 川口 義雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化粧品用ヒドロアルコール性マイクロエマルジョン

## (57) 【要約】

水と、C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>アルカノールと、ビタミン油、C<sub>10</sub>-C<sub>30</sub>テルペン及びこれらの混合物の中から選択された油性物質とを含んでなるヒドロアルコール性マイクロエマルジョン組成物を提供する。該組成物は、エトキシ化ヒマシ油及びプロポキシ化アルキルエーテルを含む界面活性剤を組み合わせることにより、透明で貯蔵安定性のあるマイクロエマルジョンになる。PEG-40水素化ヒマシ油を、PPG-10セチルエーテル、PPG-10ブタンジオール又はPPG-14ブチルエーテルと組み合わせることが特に有用である。

## 【特許請求の範囲】

1. i) 1～99%の水と、  
ii) 1～99%の $C_1-C_4$ アルカノールと、  
iii) ビタミン油、 $C_{10}-C_{60}$ テルペン及びこれらの混合物の中から選択された0.1～20%の油と、  
iv) ヒマシ油1モル当たり30～55モルのエチレンオキシドでエトキシ化した0.1～20%のヒマシ油と、  
v) アルカノール1分子当たり5～50モルのプロピレンオキシドでプロポキシ化した $C_4-C_{20}$ 一価又は二価アルカノールを含む0.1～20%のプロポキシ化アルキルエーテル  
とを含んでなる化粧用マイクロエマルジョン組成物。
2. ビタミン油がビタミンAパルミテート、ビタミンEリノレエート、ビタミンEアセテート及びこれらの混合物を含む請求項1に記載の組成物。
3. テルペンが、リモネン、ピネン、ミルセン、カリオフィレン、ファルネセン、リコペン、スカレン、ジンギベレン、カロテン、カンフェン、セドレン及びこれらの混合物の中から選択された炭化水素からなる請求項1又は2に記載の組成物。
4. テルペンが、ゲラニオール、ファルネソール、リナロール、シトロネラール、メントール、カルボン、ショウノウ、ネロール、ネラール、ゲラニアール、ツジヨン、イソノルボルネオール、イソボルネオール、フィトール、ビサボロール及びこれらの混合物の中から選択された酸素化テルペンからなる請求項1又は2に記載の組成物。
5. 30～60重量%の量の水が存在する請求項1から4のいずれか一項に記載の組成物。
6. 一価アルコールが、25～55重量%の量で存在するエタノールである請求項1から5のいずれか一項に記載の組成物。
7. 1～3重量%の量の油が存在する請求項1から6のいずれか一項に記載の組成物。

8. エトキシ化ヒマシ油がPEG-40水素化ヒマシ油である請求項1から7のいずれか一項に記載の組成物。

9. プロポキシ化アルキルエーテルが、PPG-10セチルエーテル、PPG-10ブタンジオール及びPPG-14ブチルエーテルを含む請求項1から8のいずれか一項に記載の組成物。

10. エトキシ化ヒマシ油及びプロポキシ化アルキル

エーテルがそれぞれ1～5重量%の量存在する請求項9に記載の組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 化粧品用ヒドロアルコール性マイクロエマルジョン

本発明は、ビタミン及び精油を含み、優れた物理安定性及び透明性を示すヒドロアルコール性マイクロエマルジョンに関する。

水及びアルコールを含んでいる透明スキンケア製品は、消費者に清潔感を与える。アルコールが存在すれば、すぐに乾燥するし、清涼感も得られる。アルコールはサリチル酸のようなある種の有機酸を溶解するので、アルコールの使用は多くの治療薬でも重要である。抗菌活性が他の利点である。

多くの治療化粧品成分（例えばビタミン及び精油）は水不溶性である。これらの水不溶性成分は、皮膚に効果的に送達されるように水相に乳化しなければならない。エマルジョンは液滴寸法が大きいので、不透明又は白色になる傾向にある。マイクロエマルジョンは、油滴を包囲する単層界面活性剤のミセルからなる。これらのミセルはそれほど光を回折しないように十分小さいので、透明製品が得られる。アルコールが、エマルジョン及びミセルの両方の生成を妨げることは知られている。実際、アルコールは通常、エマルジョンを破壊するために使用されている。従って、

ヒドロアルコール系で安定なマイクロエマルジョンを生成することは全く困難である。更には、特にビタミン油を含んだマイクロエマルジョンを生成することは非常に困難である。

本発明は、

- i) 1～99%の水と、
- ii) 1～99%の $C_1-C_4$ アルカノールと、
- iii) ビタミン油、 $C_{10}-C_{60}$ テルペン及びこれらの混合物の中から選択された0.1～20%の油と、
- iv) ヒマシ油1モル当たり30～55モルのエチレンオキシドでエトキシ化した0.1～20%のヒマシ油と、
- v) アルカノール1モル当たり5～50モルのプロピレンオキシドでプロポキシ化した0.1～20%の $C_4-C_{20}$ 一価又は二価アルカノール

とを含んでなる化粧用マイクロエマルジョン組成物を提供する。

前記化粧品用マイクロエマルジョンはすぐに乾燥し、清涼感を与える。本発明のマイクロエマルジョンのミセルは、光をそれほど回折しないよう十分に小さいため、透明製品が得られる。本発明のヒドロアルコール性マイクロエマル

ジョンは貯蔵安定性がある。

本発明人らは、エトキシ化水素化ヒマシ油と少なくとも1種のプロポキシ化アルキルエーテルとを組み合わせるにより、ビタミン油及びC<sub>10</sub>-C<sub>60</sub>テルペンを懸濁させ得る、透明性及び安定性の良好な化粧品用ヒドロアルコール性マイクロエマルジョンが製造され得ることを知見した。

従って、本発明の組成物の第1の主要成分は、エトキシ化ヒマシ油、好ましくはエトキシ化水素化ヒマシ油である。ヒマシ油1モル当たりのエチレンオキシドのモル数は一般に、30~55モル、好ましくは37~43モル、最適には40モルである。エトキシ化ヒマシ油の量は一般に、組成物の0.1~20重量%、好ましくは1~10重量%、最適には2~5重量%である。最も好ましいのはPEG-40水素化ヒマシ油である。

本発明の組成物の第2の主要成分は、プロポキシ化アルキルエーテル成分である。エーテルがC<sub>4</sub>-C<sub>20</sub>一価又は二価アルカノールに基づく好都合である。最も好ましいのはプロポキシ化ブチル及びセチルアルコール及びブタンジオールである。アルカノール1モル当たりのプロピ

レンオキシドの量は一般に5~50モル、好ましくは8~20モル、最適には8~12モルである。プロポキシ化アルキルエーテルの量は一般に組成物の0.1~20重量%、好ましくは1~10重量%、最適には2~5重量%である。最も好ましいのは、PPG-10セチルエーテル、PPG-14ブチルエーテル及びPPG-10ブタンジオールの種類である。

本発明のヒドロアルコール性マイクロエマルジョン組成物は更に、1~99重量%、好ましくは25~75重量%、最適には30~60重量%の水を含み得る。



本発明のヒドロアルコール性マイクロエマルジョン組成物に適したアルコールには、 $C_1-C_4$ 一価アルカノールが含まれる。最も好ましいのはエタノールである。一価アルカノールは一般に1~99重量%、好ましくは15~70重量%、最適には25~55重量%の量で存在する。

本発明のヒドロアルコール性マイクロエマルジョンの他の成分は、皮膚の栄養となる油性物質の成分である。この物質は、ビタミン油、 $C_{10}-C_{60}$ テルペン及びこれらの混合物の中から選択することが好都合である。これらの物質の量は、好適には0.1~20重量%、最適には1~3重

量%である。

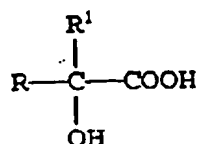
ビタミン油の代表例はビタミンAパルミテート、ビタミンEリノレエート、ビタミンEアセテート及びこれらの組み合わせである。 $C_{10}-C_{60}$ テルペンは、炭化水素又はその酸素化誘導体であり得る。テルペンは、モノテルペン、セスキテルペン、ジテルペン又はトリテルペンであり得る。炭化水素テルペンの代表例はリモネン、ピネン、ミルセン、カリオフィレン、ファルネセン、リコペン、スカレン、ジンギベレン、カロテン、カンフェン、セドレン及びこれらの混合物である。酸素化テルペンの代表例はゲラニオール、ファルネソール、リナロール、シトロネラール、メントール、カルボン、ショウノウ、ネロール、ネラール、ゲラニアル、ツジヨン、イソノルボルネオール、イソボルネオール、フィトール、ビサボロール及びこれらの混合物である。

本発明のヒドロアルコール性マイクロエマルジョン組成物は、他の種々の化粧品成分を含んでいてもよい。適切な成分を以下に示す。

第1のカテゴリーは、 $C_7-C_{30}$ β-ヒドロキシカルボン酸及びその塩によって代表される。このカテゴリーの代

表例はサリチル酸並びにそのアルカリ金属及びアンモニウム塩である。サリチル酸又はサリチル酸塩の適量は0.1~10重量%、好ましくは0.8~2.5重量%、最適には1~1.5重量%であり得る。

第2のカテゴリーの角質溶解剤は、構造式：



(I)

(式中、R及びR<sup>1</sup>はH、F、Cl、Br、1～25個の炭素原子を有する飽和もしくは不飽和で異性もしくは非異性で直鎖もしくは分枝鎖であるか又は5員環もしくは6員環の環形態であるアルキル、アラルキル又はアリール基であり、更にはR及びR<sup>1</sup>はOH、CHO、COOH、及び1～9個の炭素原子を有するアルコキシ基を有してもよく、RとR<sup>1</sup>が同一でないときには、α-ヒドロキシ酸が遊離酸もしくはラクトン形態として又は有機アミン塩基もしくは無機アルカリとの塩形態で、また立体異性体及びD、L、DL形として存在する)で表される式IのC<sub>1</sub>—C<sub>25</sub>α-ヒドロキシカルボン酸で

代表される。

この種の物質の中で最も好ましいのは、グリコール酸、乳酸及び2-ヒドロキシオクタン酸並びにこれらの塩である。塩は、アルカリ金属、アンモニウム及びC<sub>1</sub>—C<sub>20</sub>アルキル又はアルカノールアンモニウム対イオンの中から選択することが好都合であり得る。α-ヒドロキシアルカン酸の量は好適には0.1～10重量%、好ましくは0.2～1重量%、最適には0.4～0.5重量%であり得る。

特に好ましい実施態様では、β-ヒドロキシカルボン酸とα-ヒドロキシカルボン酸との混合物を含む。例えば、最適な組み合わせは、相対重量比が20:1～1:20、好ましくは10:1～1:1、最適には3:1～2:1のサリチル酸/グリコール酸混合物である。

本発明の組成物の別の成分は、乳酸C<sub>1</sub>—C<sub>10</sub>アルキルであり得る。最も好ましいのは乳酸エチルであり、好適には0.01～5重量%、好ましくは0.5～3重量%、最適には1.5～2.5重量%の量で存在し得る。

抗菌剤も本発明の組成物で有用であり得る。通常、抗菌剤はトリクロサントリカルバニライド、茶油、ファルネソール、ファルネソールアセテート、ヘキサク

ロロフェン、

C<sub>4</sub>-C<sub>20</sub>第四級アンモニウム塩（例えばベンゾールコニウムクロライド及び種々の亜鉛又はアルミニウム塩）のような物質であり得る。通常、亜鉛又はアルミニウム塩は、亜鉛ピリジンチオン、硫酸亜鉛、塩化亜鉛、フェノールスルホン酸亜鉛、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム及び塩化水素酸アルミニウムのような化合物である。収斂剤の量は通常0.1～5重量%、好ましくは0.2～1重量%、最適には0.3重量%であり得る。

シリコーン油及び合成エステル形態の皮膚軟化物質を本発明の組成物中に導入してもよい。皮膚軟化剤の量は通常0.1～30重量%、好ましくは1～20重量%である。

シリコーン油は、揮発性物質と非揮発性物質とに分類され得る。本明細書で使用する“揮発性”という用語は、室温で測定可能な蒸気圧を有する物質を指す。揮発性シリコーン油は、3～9個、好ましくは4～5個のケイ素原子を含む環式又は線状ポリジメチルシロキサンの中から選択することが好ましい。

線状揮発性シリコーン物質の粘度は一般に25℃で5センチストークス未満であり、環式物質の粘度は通常10センチストークス未満である。

皮膚軟化物質として有用な非揮発性シリコーン油には、ポリアルキルシロキサン、ポリアルキルアリアルシロキサン及びポリエーテルシロキサンコポリマーが含まれる。本発明で有用な本質的に非揮発性のポリアルキルシロキサンには例えば、25℃での粘度が5～100,000センチストークスのポリジメチルシロキサンが含まれる。当該組成物で有用な好ましい非揮発性皮膚軟化剤としては、25℃での粘度が10～400センチストークスのポリジメチルシロキサンが挙げられる。

エステル皮膚軟化剤としては以下のものが挙げられる：

(1) 10～20個の炭素原子を有する脂肪酸のアルケニルエステル。その例にはミリスチン酸オレイル、ステアリン酸オレイル、及びオレイン酸オレイルが含まれる。

(2) エーテルエステル (例えばエトキシ化脂肪アルコールの脂肪酸エステル)。

(3) 多価アルコールエステル。エチレングリコールモノ及びジ脂肪酸エステル、ジェチレングリコールモノ及びジ脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール (200-6000) モノ及びジ脂肪酸エステル、プロピレングリコールモノ及びジ脂肪酸エステル、ポリプロピレングリコール2

000モノオレエート、ポリプロピレングリコール2000モノステアレート、エトキシ化プロピレングリコールモノステアレート、グリセリルモノ及びジ脂肪酸エステル、ポリグリセロールポリ脂肪エステル、エトキシ化グリセリルモノステアレート、1, 3-ブチレングリコールモノステアレート、1, 3-ブチレングリコールジステアレート、ポリオキシエチレンポリオール脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、及びポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステルは申し分のない多価アルコールエステルである。

(4) みつろう、鯨ろう、ミリスチン酸ミリスチル、ステアリン酸ステアリルのようろうエステル。

(5) ステロールエステル。コレステロール脂肪酸エステルがその一例である。

更に多価アルコールタイプの保湿剤を本発明の組成物に加えてもよい。保湿剤は、皮膚軟化剤の効能を高めるのに役立ち、鱗屑形成を抑制し、生じた鱗屑の除去を刺激して、皮膚感を改善する。とりわけ本発明の目的のためには、多価アルコールが、水相に溶解した活性剤 (例えばヒドロキシカルボン酸、乳酸アルキル及び抗菌剤) の浸透を高める。

通常が多価アルコールには、グリセロール、ポリアルキレングリコール、更に好ましくはアルキレンポリオール及びその誘導体、例えばプロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコール及びその誘導体、ソルビトール、ヒドロキシプロピルソルビトール、ヘキシレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、エトキシ化グリセロール、プロボキシ化グリセロール、及びこれらの混合物

が含まれる。最良の結果のためには、保湿剤がプロピレングリコールであることが好ましい。保湿剤の量は一般に組成物の 0.5～30 重量%、好ましくは 1～15 重量%である。

通常、組成物の 5 重量%以下の量の増粘剤/粘度調整剤が含まれていてもよい。当業者には公知のように、増粘剤の正確な量は、所望される組成物の稠度や濃さによって異なり得る。増粘剤の例は、キサントガム、ナトリウムカルボキシメチルセルロース、ヒドロキシアルキル及びアルキルセルロース（特にヒドロキシプロピルセルロース）及び架橋アクリル酸ポリマー（例えば Carbopol の商標で B. F. Goodrich から販売されているもの）

である。

本発明の化粧品組成物は、多くの製品形態で製造され得る。これらの形態には、ローション、クリーム、スティック、ロールオン配合物、ムース、エアゾールスプレー、パッドに塗布した配合物、睡眠時の可剥性フェイシャルマスクが含まれ得る。

本発明の特に好ましい実施態様では、ヒドロアルコール性マイクロエマルジョン組成物が、可剥性フェイシャルマスクを構成するクイック乾燥ゲル又はペーストに取り込まれている。この製品形態では、皮膜形成ポリマー及び付着促進ポリマーが必要である。ポリビニルアルコールは、皮膜形成ポリマーとして機能し得る。ポリビニルアルコールが低分子量種及び高分子量種として存在することが好ましい。前者は、数平均分子量が 15,000～27,000 である。より高分子量のポリビニルアルコール物質の数平均分子量は 44,000～65,000 である。これらの物質は、Airvol 205S（登録商標）及び Airvol 1523（登録商標）の商標で Air Products Company から市販されている。全ポリビニルアルコールの量は通常 2～40 重量%、好ましくは 10

～20 重量%、最適には 10～15 重量%である。低分子量対高分子量の比率はそれぞれ、好都合には 1:20～20:1、好ましくは 1:10～1:1、最適

には1:5~1:3である。

付着促進ポリマーとしては、疎水性アクリレート又はメタクリレートポリマーを使用することが好ましい。特に有用なのは、B. F. Goodrich Company製Pemulen TR2（登録商標）である。CTFAの名称は、アクリレート/C<sub>10</sub>-C<sub>30</sub>アルキルアクリレートクロスポリマーである。付着促進ポリマーは一般に0.1~20重量%、好ましくは0.5~5重量%、更に好ましくは1~2重量%の量で存在する。

以下の実施例は本発明で選択した実施態様を更に詳しく例示するものである。本明細書及び添付のクレームで用いる全ての部、パーセンテージ及び比率は、特に明記しない限り重量基準とする。

#### 実施例 1

ヒドロアルコール性マイクロエマルジョン組成物で一連の可溶化試験を実施して、最良の界面活性剤を調べた。実験全体で使用した基本的な水相及び油相は以下の通りであつ

た。

#### 水 相

| 成 分                     | 重 量 % |
|-------------------------|-------|
| 水                       | 37    |
| SD-40ア ル コ ール           | 35    |
| 乳 酸 エ チ ル               | 8     |
| プ ロ ピ レ ン グ リ コ ール      | 3     |
| 乳 酸                     | 1     |
| グ リ コ ール 酸              | 0.5   |
| サ リ チ ル 酸               | 0.5   |
| 硫 酸 亜 鉛                 | 0.3   |
| プ ロ ピ レ ン グ リ コ ール      | 0.3   |
| α - ヒ ド ロ キ シ カ プ リ ル 酸 | 0.1   |

油 相

| 成 分                    | 重 量 % |
|------------------------|-------|
| ビ タ ミ ン A パ ル ミ テ ー ト  | 0.5   |
| ビ タ ミ ン E リ ノ レ エ ー ト  | 0.5   |
| ビ タ ミ ン E ア セ テ ー ト    | 0.5   |
| $\alpha$ - ビ サ ボ ロ ー ル | 0.5   |
| チ ャ 油                  | 0.3   |
| ユ ー カ リ 油              | 0.1   |

以下のグレード評価系を使用して、透明性及び安定性を調べた：

0 = エマルジョンなし（2相）

1 = 白色エマルジョン、24時間後に破壊

2 = 不透明エマルジョン、安定

3 = 透明マイクロエマルジョン、24時間後に曇り

4 = 透明マイクロエマルジョン、50℃で又は2カ月安定

表 I

| 界面活性剤 (全て 4 %)       | グレード |
|----------------------|------|
| PEG-2オレイルエーテル        | 0    |
| PEG-20オレイルエーテル       | 1    |
| PEG-10オレイルエーテル       | 1    |
| PEG-10オレイルエーテルホスフェート | 0    |
| PEG-20イソセチルエーテル      | 0    |
| PEG-40ステアレート         | 0    |
| PEG-20ジラウレート         | 0    |
| PEG-20 Glycereth     | 1    |
| PEG-7 Glycereth      | 1    |
| PEG-45パーム核グリセリド      | 1    |
| PEG-60アーモンドグリセリド     | 0    |
| PEG-60ソルビタンテトラオレエート  | 0    |
| PEG-21ステアレート         | 0    |
| Nonoxynol-9          | 1    |
| Nonoxynol-10         | 1    |
| Nonoxynol-12         | 1    |
| Nonoxynol-15         | 1    |
| Octoxynol-9          | 2    |
| Polaxamer-338        | 3    |
| Polaxamer-407        | 1    |
| Polaxamer-185        | 1    |
| Polaxamer-182        | 1    |
| Polaxamer-331        | 2    |
| Polaxamer-188        | 2    |



表 I ( 続 き )

| 界面活性剤 ( 全 て 4 % )                | ゲ レ ード |
|----------------------------------|--------|
| Polaxamer-108                    | 1      |
| Polaxamer-131                    | 1      |
| Polaxamer-401                    | 0      |
| Polaxamer-335                    | 0      |
| Nitrol Pen-4612                  | 2      |
| Nitrol Pen-4630                  | 3      |
| Polysorbate-20                   | 0      |
| Polysorbate-60                   | 0      |
| Polysorbate-80                   | 0      |
| Polysorbate-81                   | 0      |
| Polysorbate-85                   | 1      |
| イ ソ セ チ ル PPG-2 PEG-20 ア セ テ ー ト | 1      |
| ブ ロ セ チ ル -AWS                   | 2      |
| PPG-10 セ チ ル エ ー テ ル             | 3      |
| PPG-50 セ チ ル エ ー テ ル             | 1      |
| PEG-7 水 素 化 ヒ マ シ 油              | 1      |
| PEG-35 水 素 化 ヒ マ シ 油             | 2      |
| PEG-40 水 素 化 ヒ マ シ 油             | 3      |
| PEG-43 水 素 化 ヒ マ シ 油             | 2      |
| PEG-54 水 素 化 ヒ マ シ 油             | 2      |
| PEG-60 水 素 化 ヒ マ シ 油             | 1      |

表 II

| 組み合わせ系<br>(全て3%及び3%)  | グレード |
|-----------------------|------|
| PEG-40水素化ヒマシ油 (3%) 及び |      |
| PPG-10セチルエーテル (1.5%)  | 4    |
| PPG-10セチルエーテル         | 3    |
| PPG-50セチルエーテル         | 2    |
| PPG-10セチルエーテルホスフェート   | 2    |
| PEG-6000モノステアレート      | 1    |
| Glycereth-7           | 1    |
| Glycereth-26          | 2    |
| Octoxynol-9           | 2    |
| Nonoxynol-100         | 3    |
| PPG-5 Ceteth-20       | 2    |
| Abil Wax 8851         | 2    |
| Abil Wax 8852         | 3    |
| Abil Wax 8873         | 2    |
| Pecosil PS100         | 1    |
| Pecosil PS100ad       | 1    |
| Pecosil PS100K        | 2    |
| Polysorbate-80        | 2    |

表 II ( 続 き )

| 組み合わせ系<br>( 全 て 3% 及 び 3% ) | グ レ ー ド |
|-----------------------------|---------|
| PPG-10ブタンジオール               | 4       |
| PPG-12 Buteth-16            | 2       |
| PPG-28 Buteth-35            | 2       |
| PPG-9 Buteth-10             | 3       |
| PPG-14ブチルエーテル               | 3       |
| Poloxamer-181               | 1       |
| Poloxamer-401               | 2       |
| Poloxamer-338               | 2       |
| PPG-10セチルエーテル及び             |         |
| PEG-6000モノステアレート            | 1       |
| Glycereth-26                | 2       |
| Glycereth-7                 | 3       |
| Poloxamer-338               | 3       |
| Nikkol Pen-4630             | 3       |
| PPG-10ブチルエーテル               | 2       |
| PEG-45水素化ヒマシ油               | 2       |
| PEG-54水素化ヒマシ油               | 2       |
| PEG-7水素化ヒマシ油                | 2       |

上記表の実験に基づけば、PEG-40水素化ヒマシ油とPPG-10セチルエーテル、PPG-10ブタンジオール又はPPG-14ブチルエーテルとの組み合わせが最良であることが明白である。

上述の説明及び実施例は本発明で選択した実施態様を例示するものである。上

記に鑑みて、当業者には種々の変形が提案されよう。これらは全て、本発明の主旨の範囲内である。

【手続補正書】特許法第 184 条の 8

【提出日】1995 年 10 月 4 日

【補正内容】

- iii) ビタミン油、 $C_{10}$ — $C_{60}$ テルペン及びこれらの混合物の中から選択された 0.1~20%の油と、
- iv) ヒマシ油 1 モル当たり 30~55 モルのエチレンオキシドでエトキシル化した 0.1~20%のヒマシ油と、
- v) アルカノール 1 モル当たり 5~50 モルのプロピレンオキシドでプロポキシル化した  $C_4$ — $C_{20}$ 一価又は二価アルカノールを含む 0.1~20%のプロポキシル化アルキルエーテル

とを含んでなる化粧用マイクロエマルジョン組成物を提供する。

前記化粧品用マイクロエマルジョンはすぐに乾燥し、清涼感を与える。本発明のマイクロエマルジョンのミセルは、光をそれほど回折しないよう十分に小さいため、透明製品が得られる。本発明のヒドロアルコール性マイクロエマルジョンは貯蔵安定性がある。

本発明人らは、エトキシル化水素化ヒマシ油と少なくとも 1 種のプロポキシル化アルキルエーテルとを組み合わせるにより、ビタミン油及び  $C_{10}$ — $C_{60}$ テルペンを懸濁させ得る、透明性及び安定性の良好な化粧品用ヒドロアルコール性マイクロエマルジョンが製造され得ること

を知見した。

従って、本発明の組成物の第 1 の主要成分は、エトキシル化ヒマシ油、好ましくはエトキシル化水素化ヒマシ油である。ヒマシ油 1 モル当たりのエチレンオキシドのモル数は一般に 30~55 モル、好ましくは 37~43 モル、最適には 40 モルである。エトキシル化ヒマシ油の量は一般に組成物の 0.1~20 重量%、好ましくは 1~10 重量%、最適には 2~5 重量%である。最も好ましいのは PEG-40 水素化ヒマシ油である。

本発明の組成物の第 2 の主要成分は、プロポキシル化アルキルエーテル成分である。

シリコーン油及び合成エステル形態の皮膚軟化物質を本発明の組成物中に導入してもよい。皮膚軟化剤の量は通常 0.1~30 重量%、好ましくは 1~20 重量%である。

シリコーン油は、揮発性物質と非揮発性物質とに分類され得る。本明細書で使用する“揮発性”という用語は、室温で測定可能な蒸気圧を有する物質を指す。揮発性シリコーン油は、3~9 個、好ましくは 4~5 個のケイ素原子を含む環式又は線状ポリジメチルシロキサンの中から選択することが好ましい。

線状揮発性シリコーン物質の粘度は一般に 25℃で  $5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$  (5 センチストークス) 未満であり、環式物質の粘度は通常 10 センチストークス未満である。

皮膚軟化物質として有用な非揮発性シリコーン油には、ポリアルキルシロキサン、ポリアルキルアリアルシロキサン及びポリエーテルシロキサンコポリマーが含まれる。本発明で有用な本質的に非揮発性のポリアルキルシロキサンには例えば、25℃での粘度が  $5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s} \sim 0.1 \text{ m}^2/\text{s}$  (5~100,000 センチストークス) のポリジメチルシロキサンが含まれる。当該組成物で有用な好ましい非揮発性皮膚軟化剤としては、25℃での粘度が  $5 \times 1$

$0^{-6} \text{ m}^2/\text{s} \sim 4 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$  (10~400 センチストークス) のポリジメチルシロキサンが挙げられる。

エステル皮膚軟化剤としては以下のものが挙げられる：

(1) 10~20 個の炭素原子を有する脂肪酸のアルケニルエステル。その例にはミリスチン酸オレイル、ステアリン酸オレイル、及びオレイン酸オレイルが含まれる。

(2) エーテルエステル (例えばエトキシ化脂肪アルコールの脂肪酸エステル)。

#### 請求の範囲

1. i) 1~75%の水と、
- ii) 1~70%の  $\text{C}_1\text{--}\text{C}_4$  アルカノールと、

- iii) 0.1~20%の1種以上のビタミン油と、
- iv) ヒマシ油1モル当たり30~55モルのエチレンオキシドでエトキシ化した0.1~20%のヒマシ油と、
- v) アルカノール1分子当たり5~50モルのプロピレンオキシドでプロボキシ化したC<sub>4</sub>-C<sub>20</sub>一価又は二価アルカノールを含む0.1~20%のプロボキシ化アルキルエーテル

とを含んでなる化粧用マイクロエマルジョン組成物。

2. ビタミン油がビタミンAパルミテート、ビタミンEリノレエート、ビタミンEアセテート及びこれらの混合物を含む請求項1に記載の組成物。

3. 30~60重量%の量の水が存在する請求項1又は2に記載の組成物。

4. 一価アルコールが、25~55重量%の量で存在するエタノールである請求項1から3のいずれか一項に記載の組成物。

5. 1~3重量%の量の油が存在する請求項1から4のい

ずれか一項に記載の組成物。

6. エトキシ化ヒマシ油がPEG-40水素化ヒマシ油である請求項1から5のいずれか一項に記載の組成物。

7. プロボキシ化アルキルエーテルが、PPG-10セチルエーテル、PPG-10ブタンジオール及びPPG-14ブチルエーテルを含む請求項1から6のいずれか一項に記載の組成物。

8. エトキシ化ヒマシ油及びプロボキシ化アルキルエーテルがそれぞれ1~5重量%の量存在する請求項7に記載の組成物。

【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Appl. No.

PCT/EP 94/02519

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
 IPC 6 A61K7/00 A61K7/50

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| P,X       | <p>EP,A,0 571 677 (UNILEVER PLC) 1 December 1993</p> <p>see page 2, line 42 - line 47</p> <p>see page 4, line 29 - line 42</p> <p>see page 5, line 12 - line 16</p> <p>see page 5, line 21 - line 31</p> <p>see page 6, line 2 - line 21</p> <p>see claims 1--1 13-21; examples 1,2</p> <p>---<br/>-/-</p> | 1,3-5,7,<br>8         |



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

\*Z\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

7 December 1994

Date of mailing of the international search report

22.12.94

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

SIERRA GONZALEZ, M



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Appl. No.

PCT/EP 94/02519

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT |  |                       |
|--|--|-----------------------|
| Category   | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
| A  | CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 92, no. 10,<br>10 March 1980, Columbus, Ohio, US;<br>abstract no. 82190,<br>M. TAGAWA 'The effect of ethanol on the<br>solubilization of limonene by nonionic<br>surfactants'<br>see abstract<br>& J. SOC. COSMET. CHEM. JAPAN,<br>vol.13, no.1, 1979<br>pages 47 - 51<br>M. TAGAWA | 1-10                  |
| A  | EP,A,0 261 351 (ROURE BERTRAND DUPONT<br>SOCIÉTÉ ANONYME) 30 March 1988<br>see the whole document  | 1-10                  |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family membersInt. Appl. Application No  
**PCT/EP 94/02519**

| Patent document<br>cited in search report | Publication<br>date | Patent family<br>member(s) | Publication<br>date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| EP-A-0571677                              | 01-12-93            | EP-A- 0572080              | 01-12-93            |
|   |                     | JP-A- 6040877              | 15-02-94            |
| EP-A-0261351                              | 30-03-88            | JP-A- 1052470              | 28-02-89            |

## フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE,  
DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M  
C, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG  
, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN,  
TD, TG), AP(KE, MW, SD), AM, AT,  
AU, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, C  
Z, DE, DK, ES, FI, GB, GE, HU, JP  
, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LT, LU,  
LV, MD, MG, MN, MW, NL, NO, NZ, P  
L, PT, RO, RU, SD, SE, SI, SK, TJ  
, TT, UA, UZ, VN